

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 実用新案出願公告

⑫ 実用新案公報 (Y2) 昭 56-24486

⑤ Int.Cl.³

B 01 D 13/00

識別記号

庁内整理番号

7433-4 D

⑭ 公告 昭和 56 年 (1981) 6 月 9 日

(全 5 頁)

1

2

⑮ 透過性ろ過装置

⑰ 実 願 昭 53-77264

⑱ 出 願 昭 48(1973)3 月 30 日

(前特許出願日援用)

公 開 昭 54-1045

④ 昭 54(1979)1 月 6 日

⑲ 考 案 者 熊崎 昭一郎

東京都千代田区有楽町 1 丁目 12

番地 1 旭化成工業株式会社内

⑲ 考 案 者 大内 俊二

東京都千代田区有楽町 1 丁目 12

番地 1 旭化成工業株式会社内

⑲ 考 案 者 北村 清

東京都千代田区有楽町 1 丁目 12

番地 1 旭化成工業株式会社内

⑲ 考 案 者 橋野 康雄

東京都千代田区有楽町 1 丁目 12

番地 1 旭化成工業株式会社内

⑲ 考 案 者 松本 紘一

東京都千代田区有楽町 1 丁目 12

番地 1 旭化成工業株式会社内

⑲ 考 案 者 今野 次雄

東京都千代田区有楽町 1 丁目 12

番地 1 旭化成工業株式会社内

⑰ 出 願 人 旭化成工業株式会社

大阪市北区堂島浜一丁目 2 番 6 号

⑯ 実用新案登録請求の範囲

一本の中空糸の少くとも一端が開放されて流体の循環装置口または吸引装置口に脱着自在にとりつけられており、前記中空糸は配列の断面において一線に配列して巻かれた円形コイルとし、かつ該コイルを帯状の固定具にて一体にまとめてなる中空糸ろ過装置。

考案の詳細な説明

この考案は、透過性中空糸を用いた簡便なろ過

装置に関するものである。本考案の要旨とするところは、一本の中空糸の少くとも一端が開放されて流体の循環装置口または吸引装置口に脱着自在にとりつけられており、前記中空糸は配列の断面において一線に配列して巻かれた円形コイルとし、かつ該コイルを帯状の固定具にて一体にまとめてなる中空糸ろ過装置である。本考案のろ過装置によれば、一本の中空糸構造を有する選択的透過膜を用いてなる逆浸透、限外ろ過および透析を行なうためのろ過装置を極めて簡便なものにすることができる。

従来の中空糸を用いたろ過装置に関する技術は、特公昭 39-28625 号公報、特公昭 44-5526 号公報、あるいは AICHE SYMPOSIUM SERIES No. 120, Vol. 68.15(1972)等にみられる様に、多数本の中空糸をにするか、芯に巻くかしてその末端をケースに接着した固定構造のろ過装置である。この種のろ過装置は使用後束状に密接した多層の中空糸間、及び接着部の近傍において液が残留し易いため数リットル程度の比較的少量の液を多量処理する場合には液の損失が大きくなるばかりでなく、また前記の如く固定した構造であるため装置の洗浄の操作経済上著しく不利である。

この考案者らは比較的少量の液をろ過するのに適した使用上簡便なろ過装置を得べく鋭意検討した結果、一本の中空糸を利用して、前記従来の欠点を容易に除去することを見出し、前述要旨の考案に到達した。

本考案の実施態様は以下の図面を参照した説明及び実施例に詳述するが、本考案においては比較的小なる濾過面積を一本の中空糸を実質上何らの支持体乃至芯を介せずに円形状のコイルとすることによつて得た点に特徴がある。中空糸を配列の断面において一線に巻かれた円形コイルとすることによつて中空のろ過体のろ過表面を大きくし、液接触と処理液の移動を大ならしめる効果があ

3

る。この巻き態様の代表例は第1図～第3図に示す通りである。

第1図は中空糸の内部に処理液を通過させて濾過を行うのに適した装置の一例であり、貯蔵容器4内の処理液体5はポンプ6と流量調節器7により接合部2によつて循環装置口8に着脱自在に接5 合された中空糸1内を通過し、その一部をろ液9として中空糸外へ浸出させながら受容器10に集められ、再び容器4へ戻つて断続的に循環ろ過され、所定量まで濃縮またはろ過される。

流体の循環装置口8は、支持台11に12の部分で接着またはナツトの類で固着され、それによつて中空糸1を間接的に保持している。一本の中空糸は円形積み重ね型にまかれ、まかれた糸が束状に密着しないように固定具3でまとめられている。15

この循環経路に挿入された流量計13、圧力計14は運転状態を管理する上で設置することが望ましいが、必ず必要とするものではない。ポンプ6には一般の遠心ポンプ、うず巻ポンプ、プランジャーポンプ、ギヤーポンプ等が使用される。

第2図は処理液の中へ中空糸を浸漬し、吸引ろ過するのに適した装置の一例である。第2図は吸引装置として注射筒15を用いた操作上非常に簡便なろ過装置であり、特に限外ろ過に適しており、たとえば液の限外ろ過性の評過予備テストあるいは発酵液より分析のための低分子生成物の分取等に適した装置である。注射筒15と、一方の末端を熱または溶媒による閉塞あるいはクリップなどによる圧着閉塞などで閉塞された中空糸1は、接合部2で着脱自在に接合されており、中空糸部分を容器16中の処理液5に浸漬し、注射筒15を吸引すればろ液が得られる。

また、注射筒の代りに第3図に示すように減圧用耐圧ビン17を用いてもよい。すなわち、容器16に入れられた処理液5に一方の末端を封じた中空糸を浸漬し、耐圧ビンのゴム栓18に固着された中空細管19へ中空糸の開放端を脱着自在に取りつけ、マグネチックスターラー等で処理液を攪拌しながら排気口20より水流アスピレーター等で排気し、耐圧ビン内を減圧してろ液を得る装置である。40

この考案で、ろ過部分は一本の中空糸が折れたりつぶれたりしない状態で、円形状にまかれて、まかれた糸が束状に密着しないように配置され、固定具によりまとめられていなければならない。中

4

空糸は、使用上第1図のように円形積み重ね型にして、金属またはプラスチック等の帯状物などの固定具でまとめるのが便利で好ましい。また、かとり線香状にまいて、各中空糸間を適宜な固定具でまとめることもできる。この形体では、従来の多数本の中空糸を束状に密着させ、末端を接着剤や目詰材等によつて処理したものに比らべて中空糸間に液が残留しやすいという欠点がなく、特に洗浄が非常に容易で効率よく行うことができるという効果がある。

この考案でいう中空糸とは、 $10\mu\sim 5\text{\AA}$ のろ過孔を有する半透過性膜を壁とするものであり、このように成形できるものであればどのような材質のものでもよい。

例えばポリアクリロニトリルを主成分とする高分子ゲル状構造をとる中空糸が透水率の点で非常に良いが、この他にもセルローズアセテート、ニトロセルローズ等のセルローズ誘導体、さらにポリアミド、ポリアロマテイツクス、ポリカーボネート等も使用できる。またシリコンのようなガス通過性のものをいれればガスにも適用できる。

中空糸の太さはその壁の単位面積当りの透過性能、長さ、処理液の種類、さらに材質の柔軟性などにも左右されるが、使用上の実用性から外径0.5~5 mm、内径0.2~4 mmのものが好ましい。また、長さはこの考案が数リットルまでの比較的少量の処理液を対象としているため、0.5~20 mmのものが用いられる。

中空糸はすべての部分が半透過性膜よりなる必要はなく、中空糸の一部に非透過性の部分があつてもかまわない。特に末端部においては半透過性膜でない方が使用上好ましい場合があり、流体の循環装置口または吸引装置口との接続部分に機械的強度を望む場合には、例えばステンレス、軟質塩化ビニール、硬質塩化ビニール、ポリスチレン、ポリエステル、ポリエチレン等の機械的強度の優れた材質よりなる中空管をあらかじめ中空糸の末端に接着または圧着して用いることができる。

中空糸を流体の循環装置口または吸引装置口に容易に着脱できるように接続するには、中空糸内の液圧が 1 kg/cm^2 以下の比較的低下の場合には、例えばプラスチック、ガラス、金属等で作られ、その先端が中空糸を損傷しないようにできるだけ角をおとして成形された適宜な径をもつ上記装置口の

5

細管を中空糸の内側に挿入するだけで使用できる。しかしながら、中空糸内の液圧が約 1 kg/cm^2 以上の場合を含めて、この接続をより確実にするには、第 4 図に接続部分の側断面図を示したように、両者の重なり部の外周辺を糸状物もしくはバンド状物 21 で締めつけて圧着するとよい。

さらに、中空糸の保護並びに使い易さの点でもつとも凡用性のある接続法の一つとして第 5 図にその側断面図を示したような接続構造がある。すなわち、支持台 11 に接着剤等で固着された液体の循環装置口または吸引装置口の細管の先端のオスネジ 22 の内部へ、中空糸 1 をかぶせ接着剤 23 で接着した細管 20 を挿入し、軟質のパツキング 25 を介して袋ナット 26 で締めつけて接続する構造である。中空糸を送液口へ接続するには、直接中空糸に手を触れずに接続できる上記のような方法が好ましい。

中空糸と流体の循環装置口または吸引装置口との接続様式は、第 1 図における装置のように、中空糸内部に通液する場合は、一般に中空糸の両末端を循環装置口に接続して用いるが、透析のように中空糸内の液圧を必要としない場合、あるいは中空糸内を液が通過することによって液圧低下を招き出口流量を調節する必要の無い場合は、中空糸の液出口の方の末端を直接容器 4 へ導入しても良い。すなわちこの場合は中空糸の一端を循環装置口へ接続するのみである。さらに液の処理方法によつては、中空糸の両末端に同時に送液あるいは吸液してろ過を行つても良い。この関係を第 6 図によつて説明すると、中空糸 1 の両端は送液口 27 に着脱自在に接続され、送液口はポンプのような送液装置 28 に接続されており、処理液を中空内へ送液すれば中空糸外部へろ液が浸出され、中空糸内部には濃縮液がたまる。

また、第 2 図および第 3 図のような吸引ろ過装置においては中空糸の一端を封じて用いるのが一般的であるが、この場合も注射筒 15 あるいは中空細管 19 の先端を二又状にして中空糸の両末端に接続すれば、原理的には第 5 図と同様な装置となり、この場合は一方の末端を封ずることなく吸引ろ過操作できる。

第 1 図の装置は、一般に限外ろ過、逆浸透として中空糸の内部液循環型として使用されるが、ロートを除き、容器 10 に透析液を入れ、その中に浸漬

6

した中空糸 1 の内部に処理液を加圧しないように循環すれば、透析操作を行うことが出来る。さらに容器 4 に透析液を、加えた量がろ過される様に流量調節器 7 で調整しながら加えつつろ過すれば、いわゆる透析ろ過ができる。前記透析操作において容器 10 および容器 4 の透析液および処理液を入れ換えた形でも透析は可能である。透析操作は一般に圧を多く必要としないので、ポンプを用いることなく例えば第 7 図に示すように液の落差を利用して行うこともできる。すなわち処理原液容器 29 および受容器 30 は中空糸 1 と着脱自在にとりつけられており、処理原液は容器 31 の透析液に浸漬された中空糸 1 を経て液の有する落差で移行し、透析される。通液速度は落差を加減することにより調節できる。透析は液のすべてが受容器 30 へ移動したのちに、上記受容器 30 を容器 29 より高位置になるように両者の位置変更をすることによつて継続される。

実施例 1

ポリアクリロニトリル 20 % を含む硝酸溶液を水中に紡糸し、外径 1.2 mm 、内径 0.6 mm 、カットオフ分子量 12000 の選択透過性壁を有する中空糸を得た。上記中空糸 3 m の一端を硝酸溶液で溶解閉塞し、全長を直径約 3 cm の円形積み重ね型にまとめてプラスチックテープでくくり、一方の開放端を先端を丸く加工した中空管を介して、 10 ml の注射筒の吸引口へ挿入し接続した。

上記の装置を用いて以下の各液を吸引ろ過した。

A 液……乳脂肪分 3.0 % 以上、無脂乳固形分 8.0 % 以上の市販のホモジナイズ牛乳

B 液……スチレン 50 %、ブタジエン 50 % の組成からなる S.B. ラテックスの 0.5 % の白濁水溶液 (液温はいずれも 16°C)

ろ過はまづ A 液を処理したのち装置を洗浄してすぐ B 液を処理した。中空糸の洗浄は注射筒よりはずして流水で洗つたのち、注射筒で水を注入逆洗して行つた。この洗浄に要した時間はわずか数分であつた。なお、ろ過の際の吸引圧は約 0.7 kg/cm^2 であつた。

ろ液 5 ml を得るのに A 液は 15 分かかり、B 液は 2 分を要した。ろ液はいずれも透明で、各処理液の成分はまったく含まれていなかった。

実施例 2

7

ポリアクリロニトリル 20 % を含む硝酸溶液を水中紡糸し、外径 2.3 mm、内径 1.1 mm、カットオフ分子量 12000 の中空糸を得た。長さ 2.3 m の上記中空糸を円形積み重ね型にして、第 1 図に示したように循環装置に装着し、実施例 1 で用いた A 液を水で 15 倍に希釈した白濁液 200 ml を循環ろ過した。なお、チューブラーポンプの送液量を約 70 ml/min に、入口圧を出口流量調節器により 40~50 mm Hg の間に調整して運転した。

ろ液は 30 分で 120 ml 得られ、透明で牛乳の成分は含まれていなかった。

つぎにこの装置を洗浄して、実施例 1 で用いた B 液 300 ml を同様の条件のもとにろ過した。装置の洗浄および液種の交換に要した時間は 10 分以内であつた。

ろ液は 14 分で 100 ml 得られ、透明でかつ牛乳の成分も B 液の成分も含まれていなかった。

使用後の中空糸は、洗浄後短期の保存の場合は水中または湿潤状態で、長期の場合は 5 % アルコール水溶液等の防腐液中に保存する。

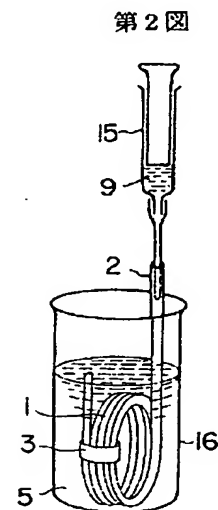
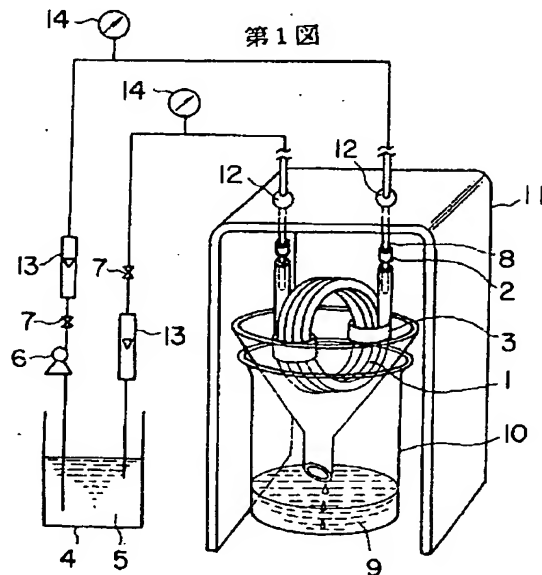
8

図面の簡単な説明

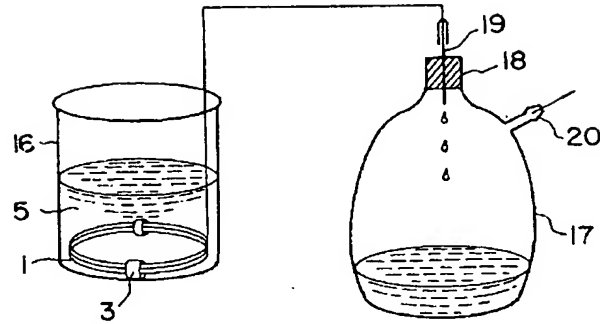
第 1 図はこの考案による内部循環型ろ過装置の概略図、第 2 図および第 3 図は吸引型ろ過装置の概略図である。第 4 図および第 5 図は中空糸と送液口または吸引口との接続態様の例を示す部分側断面図である。第 6 図は中空糸の両端へ同時に送液する場合の模式図、第 7 図は液体の落差を用いる透析装置の模式図である。

1……中空糸、2……接合部、3……固定具、4……貯蔵容器、5……処理液、6……ポンプ、7……流量調節器、8……循環装置口、9……ろ液、10……受容器、11……支持台、12……固定部、13……流量計、14……圧力計、15……注射筒、16……容器、17……減圧用耐圧ピン、18……ゴム栓、19……中空細管、20……排気口、21……バンド状物、22……オスネジ、23……接着剤、24……中空細管、25……パッキング、26……袋ナット、27……送液口、28……送液装置、29……処理原液容器、30……受容器、31……容器。

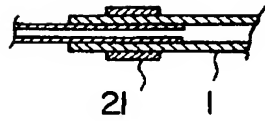
20



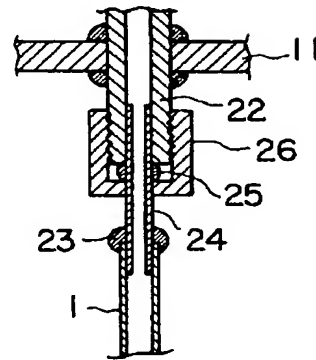
第 3 図



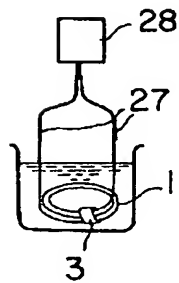
第 4 図



第 5 図



第 6 図



第 7 図

